






HIGH PURITY COPPER SPUTTERING TARGET AND THIN COATING**Publication number:** JP10330923 (A)**Publication date:** 1998-12-15**Inventor(s):** TAKAHASHI KAZUNARI; KANANO OSAMU**Applicant(s):** JAPAN ENERGY CORP**Classification:****- international:** *C23C14/14; C23C14/18; C23C14/34; H01L21/285; C23C14/14; C23C14/18; C23C14/34; H01L21/02; (IPC1-7): C23C14/34***- European:** C23C14/18B; C23C14/34B2; H01L21/285B4F**Application number:** JP19970157331 19970602**Priority number(s):** JP19970157331 19970602**Also published as:** JP3403918 (B2) EP0882813 (A1) EP0882813 (B1) US6451135 (B1) TW438900 (B)**Abstract of JP 10330923 (A)**

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a copper target for sputtering capable of forming wiring coating having low electric resistance indispensable to a high speed arithmetic element and furthermore excellent in the uniformity of coating thickness and to provide copper thin coating. **SOLUTION:** This high purity copper sputtering target is the one in which the contents of Na and K are respectively regulated to ≤ 0.1 ppm, the contents of Fe, Ni, Cr, Al, Ca and Mg are respectively regulated to ≤ 1 ppm, the contents of carbon and oxygen are respectively regulated to ≤ 5 ppm, the contents of U and Th are respectively regulated to ≤ 1 ppb, and the content of copper other than gaseous components is regulated to $\geq 99.999\%$.; Furthermore, it is preferable that the average particle size in the sputtering face is regulated to ≤ 250 μm , the dispersion of the average particle size in every place is regulated to $\pm 20\%$, the X-ray diffraction intensity ratio $I(111)/I(200)$ is regulated to ≥ 2.4 in the sputtering face, and the dispersion thereof is regulated to $\pm 20\%$.

Data supplied from the esp@cenet database — Worldwide

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-330923

(43) 公開日 平成10年(1998)12月15日

(51) Int.Cl.⁸
C 2 3 C 14/34

識別記号

F I
C 2 3 C 14/34

A

審査請求 未請求 請求項の数7 F D (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平9-157331

(22) 出願日 平成9年(1997)6月2日

(71) 出願人 000231109

株式会社ジャパンエナジー
東京都港区虎ノ門二丁目10番1号

(72) 発明者 高橋 一成

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株
式会社ジャパンエナジー磯原工場内

(72) 発明者 叶野 治

茨城県北茨城市華川町白場187番地4 株
式会社ジャパンエナジー磯原工場内

(74) 代理人 弁理士 藤吉 一夫

(54) 【発明の名称】 高純度銅スパッタリングターゲットおよび薄膜

(57) 【要約】

【目的】 高速演算素子に必要不可欠な低い電気抵抗をもち、さらには膜厚均一性に優れた配線膜を形成することが可能であるスパッタリング用銅ターゲットおよび銅薄膜を提供する。

【構成】 NaおよびK含有量がそれぞれ0.1ppm以下、Fe、Ni、Cr、Al、Ca、Mg含有量がそれぞれ1ppm以下、炭素および酸素含有量がそれぞれ5ppm以下、UおよびTh含有量がそれぞれ1ppb以下、ガス成分を除いた銅の含有量が99.999%以上であることを特徴とする高純度銅スパッタリングターゲット。さらに、スパッタ面における平均粒径が250μm以下で、場所による平均粒径のばらつきが±20%以内、X線回折強度比I(111)/I(200)がスパッタ面において2.4以上でそのばらつきが±20%以内であることが好ましい。

【特許請求の範囲】

【請求項1】高純度銅スパッタリングターゲットにおいて、NaおよびK含有量がそれぞれ0.1ppm以下、Fe、Ni、Cr、Al、Ca、Mg含有量がそれぞれ1ppm以下、炭素および酸素含有量がそれぞれ5ppm以下、UおよびTh含有量がそれぞれ1ppb以下、ガス成分を除いた銅の含有量が99.999%以上であることを特徴とする高純度銅スパッタリングターゲット。

【請求項2】スパッタ面における平均粒径が $250\mu\text{m}$ 以下であり、かつ場所による平均粒径のばらつきが $\pm 20\%$ 以内であることを特徴とする請求項1記載の高純度銅スパッタリングターゲット。

【請求項3】(111)面のX線回折ピーク強度 $I(111)$ と(200)面のX線回折ピーク強度 $I(200)$ との比 $I(111)/I(200)$ がスパッタ面において2.4以上であり、スパッタ面内における $I(111)/I(200)$ のばらつきが $\pm 20\%$ 以内であることを特徴とする請求項1または2に記載の高純度銅スパッタリングターゲット。

【請求項4】(111)面のスパッタ面内におけるX線回折ピークの半値幅が $2\theta \leq 0.3\text{ deg}$ であることを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の高純度銅スパッタリングターゲット。

【請求項5】Si、Ag、Ti、Zr、Hf、B含有量がそれぞれ5ppm以下であることを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の高純度銅スパッタリングターゲット。

【請求項6】電気抵抗値が $1.9\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることを特徴とする請求項1～5のいずれかに記載の高純度銅スパッタリングターゲット。

【請求項7】請求項1～6に記載の高純度銅スパッタリングターゲットをスパッタリングすることによって得られた電気抵抗値が $2.0\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下であることを特徴とする高純度銅薄膜。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、LSIなどの半導体薄膜配線材料を製造するための高純度銅スパッタリングターゲットおよび高純度銅スパッタリングターゲットをスパッタリングすることにより得られる低抵抗の高純度銅薄膜に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、半導体集積回路等の配線材料としては、AlあるいはAl合金（例えばSiを含有するAl等）が一般的に用いられている。しかし、集積度の増大に伴い、素子や配線の微細化が進むにつれ、配線抵抗値の増大やエレクトロマイグレーション等の問題が発生してきた。Alに代わる他の材料として例えばMoやWなどの高融点金属配線を用いる試みもあるが、比抵抗がAlに比べ大きい、問題があった。

【0003】銅は、Alよりも低抵抗であり、耐エレクトロマイグレーション性にも優れることからAlに代わる材

料として銅を用いることが試みられた。しかし、銅は酸化しやすく、また、SiやSiO₂膜などの反応性も大きい、純銅として配線材に用いることが難しかった。このため、銅配線材料の開発は、銅に他の特定元素を一定量添加することによって耐酸化性を向上させようとする研究が主流であった。これらの研究のほとんどは、添加元素の酸化物（あるいは窒化物）が製膜後に薄膜表面を被覆することによって、それ以上の内部への酸化を防止しようとするものであった。

【0004】例えば、特開昭64-59938号には、Ti、Zr、Al、B、Siのうち少なくとも1つと銅との合金の配線パターンを形成し、これを窒素を含む雰囲気中でアニールすることにより銅と合金を作る物質を表面に拡散させ窒化物バリアを形成する方法が記載されている。また、特開平6-177128号には、0.02～20原子%のAlまたはSiを含有する銅合金からなる薄膜配線材料が記載されているが、これは該合金を酸化することにより配線表面にAlまたはSiを拡散濃縮させた酸化膜を形成し耐酸化性を向上させたものである。

【0005】しかし、これらの方法には、添加元素によって電気抵抗が増大するという大きな問題点があり、このため電気抵抗が純Al並の $2.7\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下に抑えられるように添加元素の上限値を規定する必要があった。なぜなら、電気抵抗の増大は、信号伝達の遅延および消費電力の増大をもたらすからである。

【0006】上記のように、銅を配線材料として用いる試みは、主に特定の元素を添加することによって行われてきており、純銅そのものを配線材として用いることはほとんど行われてこなかった。しかし、近年、デバイス構造およびバリア材の進歩によってこの状況が変わりつつある。これは、CMP（Chemical Mechanical Polishing）技術などの応用によって、デバイス構造の簡素化が可能になり、耐酸化性が十分でなくとも使用可能な構造になってきたこと、および銅専用のバリア材が新たに開発されたことに伴い、銅が配線材としても使用に耐えるレベルになってきたことなどによるものである。

【0007】このようなことから、従来、難しいとされてきた純銅による配線が急速に現実性をもつものとなってきたのである。しかし、これまで純銅による配線材の研究は少なかつたため、特にスパッタリングターゲット材料としての銅配線材料に要求される条件が十分に検討されたことはなかった。特に、コンピュータ等の高速演算を行う場合の素子に必要な電気抵抗が低く、かつ、膜厚均一性に優れた薄膜を形成するためのスパッタリング用銅ターゲットは開発されていなかった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、高速演算素子に必要な不可欠な低い電気抵抗をもち、さらには、膜厚均一性に優れた配線膜を形成することが可能であるようなスパッタリング用銅ターゲットおよび銅薄膜を提供す

ることである。

【0009】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するため、本発明者等は鋭意研究を行った結果、電気抵抗の低い膜を実現するためには、ターゲット中の不純物含有量を一定値以下に抑える必要があり、また、これまでは、合金化するために添加していた元素も一定レベル以下に下げることが必要であること、膜厚均一性を実現するためには、ターゲットの結晶粒径・結晶配向性のばらつきを抑えることが必要であるとの知見を得た。

【0010】これらの知見に基づいて、本発明は、

1. 高純度銅スパッタリングターゲットにおいて、NaおよびK含有量がそれぞれ0.1ppm以下、Fe、Ni、Cr、Al、Ca、Mg含有量がそれぞれ1ppm以下、炭素および酸素含有量がそれぞれ5ppm以下、UおよびTh含有量がそれぞれ1ppb以下、ガス成分を除いた銅の含有量が99.999%以上であることを特徴とする高純度銅スパッタリングターゲット

【0011】2. スパッタ面における平均粒径が250 μ m以下であり、かつ場所による平均粒径のばらつきが $\pm 20\%$ 以内であることを特徴とする上記1記載の高純度銅スパッタリングターゲット

【0012】3. (111)面のX線回折ピーク強度I(111)と(200)面のX線回折ピーク強度I(200)との比I(111)/I(200)がスパッタ面において2.4以上であり、スパッタ面内におけるI(111)/I(200)のばらつきが $\pm 20\%$ 以内であることを特徴とする上記1または2に記載の高純度銅スパッタリングターゲット

【0013】4. (111)面のスパッタ面内におけるX線回折ピークの半値幅が $2\theta \leq 0.3 \text{ deg}$ であることを特徴とする上記1～3のいずれかに記載の高純度銅スパッタリングターゲット

【0014】5. Si、Ag、Ti、Zr、Hf、8含有量がそれぞれ5ppm以下であることを特徴とする上記1～4のいずれかに記載の高純度銅スパッタリングターゲット。

【0015】6. 電気抵抗値が $1.9 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることを特徴とする上記1～5のいずれかに記載の高純度銅スパッタリングターゲット

【0016】7. 上記1～6に記載の高純度銅スパッタリングターゲットをスパッタリングすることによって得られた電気抵抗値が $2.0 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下であることを特徴とする高純度銅薄膜を提供するものである。

【0017】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳しく説明する。本発明における高純度銅スパッタリングターゲットは、不純物量を極力低減したものである。スパッタリングによって形成される半導体素子の動作性能の信頼性を保証するためには、半導体素子に有害な不純物を極力排除する必要がある。特に有害な不純物としては、

(1) Na、Kなどのアルカリ金属元素

(2) U、Thなどの放射性元素

(3) Fe、Ni、Crなどの遷移金属元素

を挙げることができる。Na、Kなどのアルカリ金属元素は特に拡散しやすく絶縁膜中を容易に移動し、MOS-LSI界面特性の劣化の原因となるため、それぞれ0.1ppm以下、好ましくは0.02ppm以下にすべきである。U、Thなどの放射性元素は、 α 線を放出し半導体素子のソフトエラーの原因となるため、特に厳しく制限する必要がある、それぞれ1ppb以下、好ましくは0.5ppb以下にするべきである。Fe、Ni、Crなどの遷移金属元素は界面接合部のトラブルの原因となる。そのため、それぞれ1ppm以下、好ましくは0.1ppm以下にするべきである。

【0018】これらの、特に半導体素子に有害な元素に加えてその他の不純物も低減する必要がある。一般に、電気抵抗は不純物量の関数であり、不純物量が少ないほど電気抵抗は低くなる。従って、電気抵抗を低くするためには、より高純度であることが望ましい。しかし、現実のスパッタリングターゲットを製造する場合のコスト等を考慮した場合、薄膜の電気抵抗値として $2.0 \mu\Omega \cdot \text{cm}$ 以下を実現することができる不純物量であれば実用的な価値が大きい。

【0019】従って、重金属元素のみならず、Al、Ca、Mgなどの軽金属元素も低減する必要がある、それぞれ1ppm以下、好ましくは0.1ppm以下にするべきである。

【0020】また、炭素あるいは酸素等のガス成分も成膜後の膜の電気抵抗を上げ、また、膜の表面形態にも影響を与えるなどの理由で好ましくないため、5ppm以下、好ましくは1ppm以下にするべきである。

【0021】さらに、これまでの研究では合金成分として添加することが多かった、Si、Ti、Zr、HfおよびBやAgについても電気抵抗を低減するという見地からは極力低減した方が望ましく、それぞれ5ppm以下、好ましくは0.5ppm以下とするべきである。そして全体の銅純度は、ガス成分除きで99.999%以上とする。

【0022】さらに、スパッタリングによって作成される膜の膜厚均一性を実現するためには、ターゲットの結晶粒径と結晶配向性のばらつきを抑えることが必要である。結晶粒径は、スパッタ面内における平均粒径の大きさおよび場所による平均粒径のばらつきが膜厚均一性に影響を与える。平均粒径が250 μ mを越えると8インチウエハーにおける膜厚の平均分散を2.0以下にすることができない。また、場所によるばらつきが20%を越えると、平均粒径が250 μ m以下であっても、膜厚の平均分散が2.0以上となるため好ましくない。従って、スパッタ面における平均粒径が250 μ m以下であり、かつ場所による平均粒径のばらつきが $\pm 20\%$ 以内であることが膜厚均一性を実現するためには必要である。

【0023】一方、結晶配向性も同様に膜厚均一性に影響を与える。JCPDS (Joint Committee of Power Diffraction on Standard) によると全くランダムに配向している場

合、X線回折ピーク強度 $I(111)/I(200)=2.08$ と報告されている。しかし、本発明者らの研究によれば、全くランダムに配向している場合よりも(111)面に強く配向している場合の方がより良い膜厚均一性が得られることがわかった。これは、以下のような理由による。スパッタレートは配向面に依存する。そのためランダムに配向していると場所によってスパッタレートが異なるので、ある特定の面に配向した場合より膜厚均一性が悪くなる。(111)面は銅の場合最稠密面であり、スパッタ原子の放出密度が他の面よりも高くなり、その結果膜厚均一性に優れる。そして、(111)面のX線回折ピーク強度 $I(111)$ と(200)面のX線回折ピーク強度 $I(200)$ との比 $I(111)/I(200)$ がスパッタ面において2.4以上であり、スパッタ面内における $I(111)/I(200)$ のばらつきが $\pm 20\%$ 以内である場合に膜厚の平均分散2.0以下を実現することが可能である。

【0024】さらに、ターゲット表面の加工変質層も成膜特性に影響を与える。ターゲット表面の加工変質層とは、機械加工（一般には旋盤加工）時のバイトの押しつけ等によりターゲット表面の結晶性が壊れたり、マイクロクラック等がはいった層を意味する。加工変質層が存在すると、成膜速度が不安定になり、膜の抵抗が大きくなり、膜厚均一性が悪くなるなどの悪影響があることがわかっている。従って、スパッタリングの初期に加工変質層部分をプレスバッタすることによって、これらの悪影響を除くことも行われる。本発明者らは、できるだけ加工変質層の生じないような方法で機械加工を行うことによって成膜特性を改善することを可能とした。加工変質層が存在する場合、X線回折の半値幅は広がるため、X線回折ピークの半値幅の大きさから加工変質層の存在量を評価することとした。その結果、良好な成膜特性を得るためには、(111)面のスパッタ面内におけるX線回折ピークの半値幅が $2\theta \leq 0.3 \text{ deg}$ である必要がある。

【0025】上記のような不純物量を極力低減し、膜厚均一性に優れる高純度銅ターゲットは以下のような方法で作成することができる。すなわち、通常の電気銅を硫酸浴中あるいは硝酸浴中で電解精製し、不純物含有量を6N以上の高純度レベルまで低減させた銅を真空誘導溶解して高純度銅インゴットを得る。このインゴットを熱間鍛造や熱間圧延等の熱間加工を施した後、さらに冷間圧延、冷間鍛造等の冷間加工を行って熱処理を実施する。熱間加工は加工率50%以上、冷間加工は加工率30%以上、熱処理は温度350～500℃、時間1～2時間が望ましい。ここで熱間加工はインゴットの鑄造組織を破壊し、等軸な結晶粒を有する組織に調整するために不可欠である。一旦鑄造組織を破壊した後では、結晶粒径の調整、結晶配向性のコントロールのために冷間加工と熱処理は条件を厳密に管理された状態で実施される。冷間加工の加工率は、熱処理後の結晶粒径に影響を

与え、加工率が大きいほど微細結晶粒の作製が可能となる。また、所定の結晶配向性を得るためにも有効である。しかし、加工率が大きくなるに従い加工硬化による材料の硬化が起こり、ある一定値を越えると加工時にクラックが発生することも起こりうる。従って、冷間加工の加工率は最大90%程度が上限である。熱処理温度と時間は再結晶粒の粒径に影響を及ぼし、適切な熱処理条件を選ぶことにより所定の粒径を有する銅板を得ることができる。温度が低すぎると再結晶が不十分で、加工歪みが十分に除去されない組織となるので避けなければならない。温度が高すぎると粒成長を引き起こし、結晶粒径の粗大化が起こる。熱処理温度は組織に与える温度が比較的少ないが、生産性を考慮し、1～2時間が適当である。

【0026】熱処理まで終了した銅板は旋盤加工等の機械加工によりターゲット形状まで加工される。この時、機械加工条件は最終製品の加工変質層の存在に影響を与えるので、十分管理することが必要である。推奨される旋盤加工条件は、回転数40～80rpm、バイトの送り0.1～0.2mm、バイトの切り込み量0.1～0.2mmである。機械加工条件は生産性と関連するので、高速の加工が生産性の点では望ましいが、高速の機械加工は加工変質層の導入の原因となるので、上述の条件が望ましい。機械加工により所定の形状に加工された銅板は、バックングプレートにボンディングされ、スパッタリングターゲットとして使用可能な状態となる。

【0027】

【実施例】以下、実施例および比較例に基づいて説明する。実施例1～4及び比較例2、3は電気銅を硝酸浴中で電解精製し真空誘導溶解した高純度銅インゴットから作製した。比較例1については、低純度銅インゴットから作製した。ターゲット形状はいずれも直径12.98インチ、厚さ6.35mmの円盤状である。

【0028】（実施例1）ターゲットA

電気銅を硝酸酸性浴中で陽極と陰極を隔膜で区別し電解精製を行った後、真空溶解した高純度銅インゴット（ $\phi 157 \times 60 \text{ t}$ ）を600℃に加熱し、熱間鍛造により $\phi 190 \times 40 \text{ t}$ とした。さらに600℃に加熱し $\phi 265 \times 20 \text{ t}$ まで圧延した。この後冷間圧延により $\phi 360 \times 10 \text{ t}$ まで圧延し、熱処理を400℃で1時間行い、旋盤加工により直径12.98インチ、厚さ6.35mmの円盤状に仕上げ、バックングプレートにボンディングしてターゲットを作製した。なお、旋盤加工の条件は回転数70rpm、バイトの切り込み量0.15mm、バイトの送り0.12mmとした。

【0029】（実施例2）ターゲットB

実施例1と同じインゴットを用いて、600℃での熱間圧延を行い $\phi 300 \times 15 \text{ t}$ とした後、冷間圧延により $\phi 360 \times 10 \text{ t}$ とした。400℃で1時間の熱処理を行い、実施例1と同じ条件でターゲットを作製した。

【0030】(実施例3) ターゲットC

実施例1と同じインゴットを用いて、実施例1と同じ工程で冷間圧延まで行った。その後熱処理を550℃で1時間行い、その後は実施例1と同じ機械加工条件でターゲットを作製した。

【0031】(実施例4) ターゲットD

実施例1と同じインゴットを、実施例1と同じ条件で熱間鍛造、冷間圧延、熱処理を行い、 $\phi 360 \times 10$ tの円盤状銅板を得た。この銅板を回転数70rpm、バイトの切り込み0.4mm、バイトの送り0.3mmの条件で旋盤加工を行いターゲットを作製した。

【0032】(比較例1) ターゲットE

純度3N5の電気銅を真空誘導溶解した銅インゴットを用いて、実施例1と全く同じ工程でターゲットを作製した。

*

*【0033】(比較例2) ターゲットF

比較例1と同じ純度3N5のインゴット($\phi 157 \times 60$ t)を用いて、600℃の熱間圧延により $\phi 360 \times 10$ tとした。その後熱処理を行うことなく、実施例1と同じ条件で旋盤加工を行い、ターゲットとした。

【0034】(比較例3) ターゲットG

比較例1と同じ純度3N5のインゴット($\phi 157 \times 60$ t)を用いて、600℃の熱間圧延により $\phi 265 \times 20$ tとし、その後冷間圧延により $\phi 360 \times 10$ tとした。その後、熱処理を行うことなく、実施例1と同じ条件で旋盤加工を行い、ターゲットとした。

【0035】不純物量

不純物量を表1に示す。

【0036】

【表1】

| ターゲット | 単位 | 実施例1 A | 実施例2 B | 実施例3 C | 実施例4 D | 比較例1 E | 比較例2 F | 比較例3 G |
|-------|-----|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| Na | ppm | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.04 | 0.04 | 0.04 |
| K | | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| Fe | | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.9 | 0.9 | 0.9 |
| Ni | | 0.008 | 0.008 | 0.008 | 0.008 | 1.0 | 1.0 | 1.0 |
| Cr | | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.002 | 0.1 | 0.1 | 0.1 |
| Al | | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.04 | 0.05 | 0.05 | 0.05 |
| Ca | | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.2 | 0.2 | 0.2 |
| Mg | | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 0.01 | 2 | 2 | 2 |
| C | | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 0.05 | 1 | 1 | 1 |
| O | | 1 | 1 | 1 | 1 | 4 | 4 | 4 |
| Si | | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 5 | 5 | 5 |
| Ag | | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 0.2 | 15 | 15 | 15 |
| Ti | | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 0.03 | 5 | 5 | 5 |
| B | | 0.004 | 0.004 | 0.004 | 0.004 | 0.6 | 0.6 | 0.6 |
| Zr | | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 0.02 | 7 | 7 | 7 |
| Hf | | 0.006 | 0.006 | 0.006 | 0.006 | 0.9 | 0.9 | 0.9 |
| U | ppb | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 1.8 | 1.8 | 1.8 |
| Th | | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 1.6 | 1.6 | 1.6 |

【0037】ターゲットの特性

前記A～Gのターゲットは表2に示す結晶粒径とそのばらつき及び(111)面と(200)面の回折ピーク強度比と

そのばらつきを有していた。

【0038】

【表2】

| ターゲット | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 |
|-----------------------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|----------|
| ターゲット | A | B | C | D | E | F | G |
| 結晶粒径(μm) | 150 | 200 | 460 | 150 | 120 | 250 | 測定不可 |
| 平均粒径のばらつき(%) | ± 14 | ± 19 | ± 28 | ± 14 | ± 18 | ± 20 | 測定不可 |
| I(111)/I(200) | 5.2 | 2.5 | 4.8 | 5.2 | 5.1 | 1.5 | 0.5 |
| ピーク強度比のばらつき(%) | ± 11 | ± 19 | ± 14 | ± 11 | ± 13 | ± 25 | ± 21 |
| 半値幅(deg) | 0.16 | 0.20 | 0.11 | 0.34 | 0.17 | 0.17 | 0.17 |

* 比較例3の結晶粒径、平均粒径のばらつきは再結晶していないので測定不可

【0039】測定は表1の各々のターゲットについて図1に示す9つの位置からサンプルの切り出しを行い、結晶粒径の測定はJIS-H501に記載される切断法により行った。

【0040】成膜試験

前記A～Gのターゲットを用いて直径8インチSi基板上に、Arガス圧：5mTorr、スパッタパワー：3kW、基板一

*ターゲット距離：50mmで成膜し、膜の比抵抗と膜厚分布分散を評価した。表3に比抵抗と膜厚分布分散及びダミーランの必要な成膜厚さを示す。なお、ダミーランの厚さとは、膜厚分布分散が表3の値になるまでに要するウェハー上の積算膜厚を意味している。

【0041】

【表3】

| ターゲット | 実施例1 | 実施例2 | 実施例3 | 実施例4 | 比較例1 | 比較例2 | 比較例3 |
|----------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| ターゲット | A | B | C | D | E | F | G |
| 比抵抗($\mu\Omega\cdot\text{cm}$) | 1.85 | 1.85 | 1.85 | 1.85 | 2.2 | 2.2 | 2.2 |
| 膜厚分布分散 σ (%) | 1.5 | 1.8 | 2.3 | 1.5 | 1.5 | 2.5 | 4.0 |
| ダミーランの必要な成膜厚さ(μm) | 3 | 5 | 3 | 15 | 3 | 3 | 3 |

*ダミーランの厚さとは膜厚分布分散が表3の値になるまでに要するウェハー上の積算膜厚

【0042】(結果)本発明の、高純度銅スパッタリングターゲットを用いて形成した膜は、比抵抗が $2\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下と極めて低い抵抗値を有するものであった。さらに、平均粒径が $250\mu\text{m}$ 以下、粒径のばらつきが20%以内のもの、X線回折強度比I(111)/I(200)が2.4以上、ピーク強度比のばらつきが $\pm 20\%$ 以内のターゲットを用いて形成した膜は、膜厚分布の均一性に優れるものであった。また、(111)面ピークの半値幅が0.3deg以内のターゲットを用いて成膜を行った場合には、ダミーランに必要な膜厚が小さくて済むことが確認された。

【0043】

【発明の効果】本発明による高純度銅ターゲットを用いることにより比抵抗が $2\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下と極めて低く、さらには膜厚分布の均一性に優れる銅膜を得ることができる。さらに、スパッタリングの際のダミーラン膜厚も小さくすることが可能である。一般に、

$$R = \rho \cdot L/S$$

R：抵抗、 ρ ：比抵抗、L：長さ、S：断面積の関係があるので、本発明で得られる比抵抗が $2\mu\Omega\cdot\text{cm}$ 以下の膜の場合、細線加工した場合でも抵抗を低く保つことができる。そして、

$$Q = I^2 \cdot R$$

Q：ジュール熱、I：電流

の関係が成り立つことから、同じ電流を流した場合に発生するジュール熱が少ない。本発明の純度6Nの銅配線膜は、純度3N5の銅配線膜に比べて比抵抗が約10%低いので、上式によれば同じ回路を形成した場合、発生するジュール熱を約10%低減することができる。また、抵抗値が低いことにより信号伝搬の遅延が抑えられるとともに消費電力の低減を果たすこともできる。

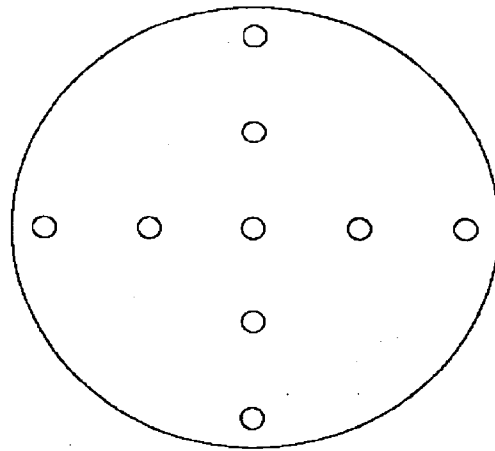
【図面の簡単な説明】

【図1】ターゲットの特性を調査するためのサンプリング位置を示す説明図

(7)

特開平10-330923

【図1】



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第3部門第4区分
【発行日】平成13年3月13日(2001. 3. 13)

【公開番号】特開平10-330923
【公開日】平成10年12月15日(1998. 12. 15)
【年通号数】公開特許公報10-3310
【出願番号】特願平9-157331
【国際特許分類第7版】
C23C 14/34
【FI】
C23C 14/34 A

【手続補正書】

【提出日】平成12年1月26日(2000. 1. 26)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0025

【補正方法】変更

【補正内容】

【0025】上記のような不純物量を極力低減し、膜厚均一性に優れる高純度銅ターゲットは以下のような方法で作成することができる。すなわち、通常の電気銅を硫酸浴中あるいは硝酸浴中で電解精製し、不純物含有量を6N以上の高純度レベルまで低減させた銅を真空誘導溶解して高純度銅インゴットを得る。このインゴットを熱間鍛造や熱間圧延等の熱間加工を施した後、さらに冷間圧延、冷間鍛造等の冷間加工を行って熱処理を実施する。熱間加工は加工率50%以上、冷間加工は加工率30%以上、熱処理は温度350～500℃、時間1～2時間が望ましい。ここで熱間加工はインゴットの鑄造組織を破壊し、等軸な結晶粒を有する組織に調整するため

に不可欠である。一旦鑄造組織を破壊した後では、結晶粒径の調整、結晶配向性のコントロールのために冷間加工と熱処理は条件を厳密に管理された状態で実施される。冷間加工の加工率は、熱処理後の結晶粒径に影響を与え、加工率が大きいほど微細結晶粒の作製が可能となる。また、所定の結晶配向性を得るためにも有効である。しかし、加工率が大きくなるに従い加工硬化による材料の硬化が起こり、ある一定値を越えると加工時にクラックが発生することも起こりうる。従って、冷間加工の加工率は最大90%程度が上限である。熱処理温度と時間は再結晶粒の粒径に影響を及ぼし、適切な熱処理条件を選ぶことにより所定の粒径を有する銅板を得ることができる。温度が低すぎると再結晶が不十分で、加工歪みが十分に除去されない組織となるので避けなければならない。温度が高すぎると粒成長を引き起こし、結晶粒径の粗大化が起こる。熱処理時間は組織に与える影響が比較的少ないが、生産性を考慮し、1～2時間が適当である。